

?fam jp03190996/pn

1/1 PLUSPAT - (C) QUESTEL-ORBIT  
PN - JP3190996 A 19910820 [JP03190996]  
JP2892066 B2 19990517 [JP2892066]  
TI - (A) PRODUCTION OF GREASE HAVING EXCELLENT ACOUSTIC PROPERTY  
PA - (A) KYODO YUSHI  
PA0 - (A) KYODO YUSHI KK  
IN - (A) SUZUKI YOICHI; ENDO TOSHIAKI; TSUCHIYA MASANORI  
AP - 1989JP-0328208 19891220  
PR - 1989JP-0328208 19891220  
IC - (A) C10M-113/08 C10M-115/08 C10M-121/04 C10M-177/00 C10N-010:02  
C10N-010:04 C10N-040:14 C10N-050:10 C10N-070:00  
AB - (JP03190996)  
PURPOSE: To obtain a grease suitable for bearing having small  
diameter, etc., having noise-suppressing property by reacting a base  
oil dissolving or dispersing an isocyanate with a base oil dissolving  
or dispersing an amine in a specific condition.  
- CONSTITUTION: (A) A base oil dissolving or dispersing an isocyanate  
and (B) a base oil dissolving or dispersing an amine are respectively  
pressed at <+5kg/cm<sup>2</sup> (preferably 25-200kgf/cm<sup>2</sup>) and  
reacted by impinging mixing, or respectively pressed at  
0.5-25kgf/cm<sup>2</sup> (preferably 1-5kgf/cm<sup>2</sup>) and reacted with  
introducing to a stirring wing in rotating to afford the aimed grease.  
- COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

## ⑫公開特許公報 (A)

平3-190996

⑬Int.Cl. 5

C 10 M 115/08  
117/02  
117/04  
121/04

識別記号

府内整理番号

⑭公開 平成3年(1991)8月20日

8217-4H

8217-4H※

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全10頁)

⑮発明の名称 音響特性に優れるグリースの製造方法

⑯特 願 平1-328208

⑯出 願 平1(1989)12月20日

⑰発明者 鈴木 洋一 神奈川県茅ヶ崎市富士見町16-40 パールガーデン205号

⑰発明者 遠藤 敏明 神奈川県藤沢市大庭5142 湘南ライフタウン内148-2-2 コートヴレッジ I 207号

⑰発明者 土谷 正憲 神奈川県横浜市戸塚区汲沢5-12-17

⑯出願人 協同油脂株式会社 東京都中央区銀座2丁目16番7号

⑯代理人 弁理士 杉村 晓秀 外5名

最終頁に続く

## 明細書

1. 発明の名称 音響特性に優れるグリースの製造方法

(ロ) 各々、0.5 kgf/cm<sup>2</sup> ないし25kgf/cm<sup>2</sup> に加圧し回転中の攪拌羽に導入して反応させる

## 2. 特許請求の範囲

ことを特徴とする音響特性に優れたグリースの製造方法。

1. イソシアネートを溶解又は分散させた基油とアミンを溶解又は分散させた基油を、反応容器内で、

3. 反応容器としてミキシングヘッドを用いることを特徴とする請求項1または2記載のグリースの製造方法。

(イ) 各々、5 kgf/cm<sup>2</sup> 以上に加圧し、衝突混合させ反応させるか又は、

## 3. 発明の詳細な説明

(ロ) 各々、0.5 kgf/cm<sup>2</sup> ないし25kgf/cm<sup>2</sup> に加圧し回転中の攪拌羽に導入して反応させる

## (産業上の利用分野)

ことを特徴とする音響特性に優れたグリースの製造方法。

本発明は、小径軸受等に使用されるグリースの要求特性である低騒音特性に優れた性能を有するグリースの製造方法に関するものである。

2. カルボン酸又は油脂を溶解又は分散させた基油とアルカリ金属の水酸化物又はアルカリ土類金属の水酸化物の水溶液又は分散液を反応容器内で、

## (従来の技術)

(イ) 各々、5 kgf/cm<sup>2</sup> 以上に加圧し、衝突混合させ反応させるか又は、

グリースの音響特性を改善する方法は、従来からいくつかの提案がなされている。グリースの音響特性を改善するためには、まず第1にグリースのミクロ的な均質化が必要である。すなわち、増ちょう剤成分をグリース中にできるだけ均一に分散することが求められる。次いでグリース中のきょ

う雑物を除去することがあげられる。

グリースは製造工程中、昇温すなわち温度により増ちょう剤成分が基油に完全溶解するものとしないものに大別される。

これは、増ちょう剤原料にイソシアネートとアミンを使用するウレアグリースにも言えることである。このウレアグリースの内、完全溶解するものの音響特性の改善方法に関しては、本出願人による特開昭63-162790号公報に開示されている。これらは、完全溶解することによる増ちょう剤成分の均一分散が保証され、かつメッシュ通過によるきょう雑物の除去も可能とした。一方、製造工程中完全溶解しないものの音響特性改善方法に関しては、増ちょう剤成分を均一に分散することが命題となっており、本出願人による特願昭63-153654号明細書には、反応工程終了時でのミル処理の有効性が開示されている。

また増ちょう剤原料にカルボン酸又は油脂とアルカリ金属の水酸化物又はアルカリ土類金属の水酸化物を使用する石けん系グリースも同様であり、

完全溶解するものは増ちょう剤成分の均一分散ができる、かつメッシュ通過によるきょう雑物の除去も可能であるが、完全溶解しないもの例えばリチウムコンプレックスグリースの増ちょう剤成分の均一分散に関しては、その改善方法は見当らない。

(発明が解決しようとする課題)

しかしながら、最近のグリースに要求される低騒音性は一段と厳しさを増し、製造工程中に完全溶解しないグリースの音響特性は特願昭63-153654号明細書に記載された方法でも満足するには至っていない。これは、グリースの増ちょう剤の分散が、反応時すなわち増ちょう剤ミセル形成時に同時に決ってしまうところが大きく、その後のミーリング処理による分散には限界があるためと考える。

したがって、本発明が解決しようとする課題は、製造工程中に完全溶解しないグリースの音響特性改善の方法であり、すなわちより高度に増ちょう剤成分をグリース中に均一に分散することである。

- 3 -

- 4 -

#### (課題を解決するための手段)

本発明者らは、この様な課題を満足すべく鋭意研究を行った結果、増ちょう剤成分の分散は、その増ちょう剤ミセルの生成と同時に進行と非常に効果的であるという結論に達した。これは、増ちょう剤成分の分散工程を反応工程に組み込むという方法であり、すなわちグリースの反応工程において

1. イソシアネートを溶解又は分散させた基油とアミンを溶解又は分散させた基油を、反応容器内で、

(イ) 各々、 $5 \text{ kgf/cm}^2$  以上に加圧し、衝突混合させ反応させるか又は、

(ロ) 各々、 $0.5 \text{ kgf/cm}^2$  ないし $25 \text{ kgf/cm}^2$  に加圧し回転中の攪拌羽に導入して反応させる

ことを特徴とする音響特性に優れたグリースの製造方法。

2. カルボン酸又は油脂を溶解又は分散させた基油とアルカリ金属の水酸化物又はアルカリ

土類金属の水酸化物の水溶液又は分散液を反応容器内で、

(イ) 各々、 $5 \text{ kgf/cm}^2$  以上に加圧し、衝突混合させ反応させるか又は、

(ロ) 各々、 $0.5 \text{ kgf/cm}^2$  ないし $25 \text{ kgf/cm}^2$  に加圧し回転中の攪拌羽に導入して反応させる

ことを特徴とする音響特性に優れたグリースの製造方法

に関するものである。(イ)においては、各々の加圧を、 $0.5 \text{ kgf/cm}^2$  以上としたが、好ましくは $25 \sim 200 \text{ kgf/cm}^2$  であり、(ロ)においても好ましくは、 $1 \sim 5 \text{ kgf/cm}^2$  である。

このように反応液を反応容器内で高圧に加圧し衝突混合させ反応することおよび低圧に加圧し回転中の攪拌羽に導入させ反応することは、既にポリウレタン工業で実用化されている高圧型発泡装置および低圧型発泡装置を用いると好首尾に行うことができる。これらは、いずれも反応容器、好ましくはミキシングヘッドと呼ばれる容器内で反

- 5 -

- 6 -

応を行なう。高圧型発泡装置はミキシングヘッド内で、高圧に加圧された反応液を衝突混合、反応を行なうもので、ポリウレタン工業ではこの反応液を成形型に吐出させ、型内で短時間に反応を進行、固化させることによりポリウレタン樹脂を成形する。ポリウレタン工業では、原料にポリオールとイソシアネートを用いるが、高圧に加圧された両液が衝突混合することにより、分子オーダ接觸を行なわせることにより反応・分散をきわめて効果的に進行させ得ることを最大の特徴とする。この高圧型発泡装置の代表としては、RIM(Reaction Injection Molding)が挙げられる。

低圧型発泡装置はミキシングヘッド内にアジテータと呼ばれる攪拌羽を設置しており、これを高速で回転させ、ここにポリオールとイソシアネートを導入する。反応・分散は、このアジテータの機械的攪拌力により、これもきわめて効果的に進行させ得る。

次に、高圧・低圧発泡装置の使用はポリウレタン工業に限らず広くプラスチック工業に適用され

ているが、グリース産業に対しての適用に関しては本発明独自のものであり、かつ新規のものである。また本発明はグリースを製造する際の反応工程に関するものであるため、その前後の工程は特に制約されない。すなわち、反応するイソシアネート、アミンおよび脂肪酸、油脂の基油に対する濃度、温度およびアルカリ金属の水酸化物、アルカリ土類金属の水酸化物の水に対する濃度、温度は任意に設定可能であり、またその後の工程、すなわち加熱、攪拌、混練、ミーリング装置も任意に設定可能である。

また、本発明は、グリースを製造する際の反応工程において、イソシアネートを溶解又は分散させた基油とアミンを溶解又は分散させた基油を、反応容器内で、

- (イ) 各々、 $5 \text{ kgf/cm}^2$  以上に加圧し、衝突混合させ反応させるか又は、
- (ロ) 各々、 $0.5 \text{ kgf/cm}^2$  ないし  $25 \text{ kgf/cm}^2$  に加圧し回転中の攪拌羽に導入して反応することおよび

- 7 -

- 8 -

カルボン酸又は油脂を溶解又は分散させた基油とアルカリ金属の水酸化物又はアルカリ土類金属の水酸化物の水溶液又は分散液を反応容器内で、

(イ) 各々、 $5 \text{ kgf/cm}^2$  以上に加圧し、衝突混合させ反応させるか又は、

(ロ) 各々、 $0.5 \text{ kgf/cm}^2$  ないし  $25 \text{ kgf/cm}^2$

に加圧し回転中の攪拌羽に導入させ反応することを特徴とするが、かかる条件下での反応・分散が可能なものであれば、本発明の目的にかなうため、高圧発泡装置または低圧発泡装置の呼称のない装置でも使用可能である。

さらに、この製造方法は、完全溶解しないグリースに対して非常に効果的であるが、この反応工程は完全溶解するものに対しても適用でき、すなわち全てのウレア系および石けん系グリースに適用可能であることは勿論である。

本発明においては、基油はグリース基油として使用可能なものであれば鉛物油、合成油の別なく使用でき、特に限定はしない。例えば鉛物油としては、パラフィン系鉛物油、ナフテン系鉛油、水

素化精製した精製鉛油が挙げられる。また合成油としては、ジオクチルセバケート、ペンタエリスリトールエステル、ジペンタエリスリトールエステル等に代表されるエステル系合成油、ポリαオレフィンに代表される合成炭化水素油、アルキルジフェニルエーテルに代表されるエーテル系合成油、ジメチルシリコーンに代表されるシリコーン油等である。

又、イソシアネートは、ジフェニルメタン-4, 4' ジイソシアネート(MDI)、トリレンジイソシアネート(TDI)、3, 3' ジメチルジフェニル4, 4' ジイソシアネート(TODI)等であり、アミンは、アニリン、p-トルイジン、p-クロロアニリン、ナフチルアミン等の芳香族アミン、ヘキシルアミン、オクチルアミン、デシルアミン、ドデシルアミン、ヘキサデシルアミン、オクタデシルアミン、エイコシルアミン等の脂肪族アミン、シクロヘキシルアミン等の脂環式アミンである。

カルボン酸としては、カプロン酸、カブリル酸、

- 9 -

- 10 -

カブリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、バルチミン酸、ステアリン酸、ベヘニン酸等の直鎖脂肪酸、12ヒドロキシステアリン酸、12ヒドロキシラウリン酸、16-ヒドロキシバルミチン酸等のヒドロキシ脂肪酸、セバシン酸、アゼライン酸、シエウ酸、マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリリン酸、スペリン酸、ウンデカン二酸、ドデカン二酸等のジカルボン酸、その他、ダイマー酸、トリマー酸等のポリカルボン酸である。また油脂としては、牛脂、豚脂等の動物油脂、ヒマシ油、ナタネ油、ヤシ油等の植物油、およびこれらに水素付加したものや、さらに精製したもの等である。又、アルカリ金属の水酸化物およびアルカリ土類金属の水酸化物とは、水酸化リチウム、水酸化ナトリウム、水酸化カリウム、水酸化カルシウム、水酸化バリウム等である。

又、本製造法により製造したグリースには、必要に応じて酸化防止剤、錆止め剤、油性剤、耐摩耗剤、極圧剤、固体潤滑剤等の添加剤を添加することができる。

- 1 1 -

反応をさせる前に循環を行なう。循環中も両液はミキシングヘッド内で加圧されているが、コントロールピストンにより接触せずに循環ラインにもどる。この循環中に、両液の吐出量の微調整を行なう。反応の際は、コントロールピストンが作動し加圧された両液がミキシングヘッドのチャンバー内で激しく衝突混合されウレアグリース反応物として吐出される。

低圧型発泡装置も基本ラインは高圧型発泡装置と同一である。但し、第1図に示すような油圧ユニットは無く、またミキシングヘッド内にアジテータと呼ばれる攪拌羽が有り、高速で回転している。反応の際はこのアジテータに向けて両液がノズルより噴射される。この時の両液の加圧は、ポンプによる加圧のみで、高圧型発泡装置のように高圧ではないが、アジテータの回転により激しく混合され、ウレアグリース反応物として吐出される。

この高圧型発泡装置を用いたグリースの製造工程は次の通りである。

次に図面により本発明を説明する。

第1図に本発明で用いられる高圧型発泡装置の概略を示す。図示するようにイソシアネート液のワークタンク1、アミン液のワークタンク2と循環ライン、メータリングポンプとして斜軸式アキシャルピストンポンプ4、ミキシングヘッド3、油圧ユニット5から成っている。本発明によるところの反応・分散は、ミキシングヘッド内で行なわれる。

ここでイソシアネート液、アミン液とは、イソシアネートを基油に溶解又は分散させた液のことと、アミン液とはアミンを基油に溶解又は分散させた液のことであり、ウレア系グリースを製造する際のものである。以下は、ウレア系グリースの製造の場合を述べるが、石けん系グリース製造の際は、ワークタンク1、2に各々カルボン酸又は油脂を基油に溶解又は分散させた液、アルカリ金属の水酸化物又はアルカリ土類金属の水酸化物を水に溶解あるいは分散させた液を仕込むこととなる。

- 1 2 -

イソシアネート液のワークタンクに基油とイソシアネート化合物を添加し、アミン液のワークタンクに基油とアミン化合物を添加する。この際所要に応じて夫々60～80℃に加温する。次に溶解もしくは分散状態になったイソシアネート液、アミン液を密閉し、N<sub>2</sub>ガス雰囲気とする。

次に循環しラインを温める。計量口よりイソシアネート液、アミン液を等しい当量比となる様吐出量を決め、任意の吐出圧力でイソシアネート液、アミン液をミキシングヘッドで衝突混合、すなわち反応・分散し吐出する。

吐出されたグリースは、ノズル通過時は液状であり、その温度は両相反応前の温度好ましくは60～80℃であるが、吐出後はただちに硬化したブロック状固体となり、その温度も数時間かけて130～140℃まで上昇し続ける。ドラム缶などの容器にこの反応物を受けた場合は2日後でも内容物の温度は100℃近くを保持していた。

また低圧型発泡装置を用いてグリースを製造した際も高圧型発泡装置の場合と同様に行なった。

- 1 3 -

- 1 4 -

吐出されたグリースの状態は高圧型発泡装置を使用した場合と同様であった。

これらの現象はまだ論理上確立されていないが次の様に推定される。

高圧型発泡装置を使用した場合では、 $5 \text{ kgf/cm}^2$  以上好ましくは $25 \text{ kgf/cm}^2 \sim 200 \text{ kgf/cm}^2$  に加圧された両液は、オリフィスを通過しミキシングヘッド内で乱流となり激しく衝突混合される。この時、イソシアネートとアミンの両成分は、分子オーダーでの接触となると考えられ吐出口から吐出される。接触時間が短い事より吐出時点では反応はまだ完結しておらず、したがって吐出時点では液状である。しかし容器に受けたものはイソシアネートとアミンが分子オーダーで接触しており、搅拌等がなくても反応は進行し発熱反応による温度上昇を続ける。このように、反応時に両相を分子オーダーで接触させる事はそのまま反応物、すなわち増ちょう剤粒子が分子オーダーに近い形で分散している事となる。グリースの硬さはその増ちょう剤粒子の形態によるところが大きい

が、この分子オーダーに近い形での増ちょう剤形態は極限の増ちょう能力を発揮すると考えられ、ブロック状固体となる理由が説明できる。

又、低圧型発泡装置を使用した場合は、アジテータの高速回転により分子オーダーでの接触が可能となつたため、高圧型発泡装置を使用した場合と同様の効果が現われたと考えられる。

この実際の現象面から明らかなように、高圧型又は低圧型発泡装置を適用した場合のようにイソシアネート液とアミン液を各々、 $5 \text{ kgf/cm}^2$  以上に加圧し、衝突混合させ反応させると、イソシアネート、アミン両成分を分子オーダーで接触させることができあり、その結果生成されたウレア増ちょう剤粒子も分子オーダーに近い形でグリース中に存在させる事が可能となった。また、このようにして得られたベースグリースを用いたグリースは、増ちょう剤成分が均一にグリース中に分散され、その結果、音響特性に優れたグリースと

- 15 -

- 16 -

成り得ると考えられる。

(実施例及び比較例)

本発明を実施例、比較例によって具体的に説明する。実施例、比較例の内容は表1、2に示すが、ここでの試験方法は、次の通りである。

- (イ) ちょう度 JIS K 22220 5.3 に基づく
- (ロ) グリースの光学顕微鏡観察 (倍率100倍)
- (ハ) 軸受音響試験 アンデロンメータにより試験した。

試験条件	軸受	608
	スラスト荷重	$2 \text{ kgf}$
	ラジアル荷重	$150 \text{ gf}$
	回転数	$1800 \text{ rpm}$
	グリース充填量	$0.35 \text{ ml}$
	試験時間	2分間
評価	ノイズ数、アンデロンレベルの結果より点数(100点満点)で示す。	

尚、実施例、比較例の基油は、以下のものを使用した。

A D E ……40°Cの粘度が100cStのアルキルジフェニルエーテル油

P A O ……40°Cの粘度が100cStのポリαオレンフィン油

また、実施例、比較例に用いたグリースの調整方法を以下に示す。

実施例1

イソシアネート液のワークタンクに T D I 5.53 kg、A D E 18.75kgをいれ、アミン液のワークタンクにパラトルイジン5.95kg、パラクロロアニリン1.02kg、A D E 18.75kgをいれ、両液を70~80°Cに加温後、吐出量を両タンクの設定圧力  $150 \text{ kgf/cm}^2$  下において等量反応になる様調整し、第1図に示す高圧型発泡装置により反応を行つた。反応生成物はブロック状固体となつたため、グリースとして使用できる硬さに混練して実施例1のウレアグリースを得た。混練装置はフリーマ社製コロイドミル(ローターとステーカーのクリアランス  $300 \mu\text{m}$ )を用いた。以下、フリーマ社製コロイドミルはフリーマミルと略す。

- 17 -

- 18 -

実施例2

実施例1のフリーマミルを三段ロールミルに変更した以外は同様にして実施例2のウレアグリースを得た。

実施例3

実施例1で得た反応後のグリースを1°C/minで昇温し、175°C±5°Cで30分間保持し、冷却後フリーマミル(ローターとステーターのクリアランス300μm)で混練して実施例3のウレアグリースを得た。

実施例4

実施例3のフリーマミルを三段ロールミルに変更した以外は同様にして実施例4のウレアグリースを得た。

実施例5

イソシアネート液のワークタンクにTDI 4.77kg、ADE 19.64kgをいれ、アミン液のワークタンクにバラトルイジン 5.08kg、バラクロロアニリン 0.87kg、ADE 19.64kgをいれた。以下、実施例1と同様にして実施例5のウレアグリース

を得た。

実施例6

イソシアネート液のワークタンクにTDI 3.94kg、ADE 20.55kgをいれ、アミン液のワークタンクにバラトルイジン 4.24kg、バラクロロアニリン 0.72kg、ADE 20.55kgをいれた。以下、実施例1と同様にして実施例6のウレアグリースを得た。

実施例7

実施例1の基油をPAOに変更した以外は同様にして実施例7のウレアグリースを得た。

実施例8

イソシアネート液のワークタンクにMDI 5.38kg、ADE 20.00kgをいれ、アミン液のワークタンクにバラトルイジン 4.62kg、ADE 20.00kgをいれた。以下、実施例1と同様にして実施例8のウレアグリースを得た。

実施例9

低圧型発泡装置のイソシアネート液のワークタンクにTDI 5.53kg、ADE 18.75kgをいれ、

- 19 -

- 20 -

アミン液のワークタンクにバラトルイジン5.95kg、バラクロロアニリン1.02kg、ADE 18.75kgをいれ、両液を70~80°Cに加温後、吐出量を等量反応となる様調整し反応を行なった。この際の両液の吐出圧力は2kgf/cm<sup>2</sup>であった。

反応生成物は、高圧型発泡装置を使用した場合と同様ブロック状固体となつたため、フリーマミルにて混練した。

比較例1

第1の容器に、TDI(トリレンジイソシアネート)5.53kg、ADE 18.75kgをいれ70~80°Cに加温した。第2の容器にバラトルイジン 5.95kg、バラクロロアニリン 1.02kg、ADE 18.75kgをとり70~80°Cに加温し、第1の容器に加え攪拌した。これは、従来から一般に行われていたウレアグリース製造の際の反応方法であり、以下表2中にも従来法として記述する。反応後、フリーマミル(ローターとステーターのクリアランス300μm)で混練を行い比較例1のウレアグリースを得た。

比較例2

比較例1で行った反応後のグリースを1°C/minで昇温し、175±5°Cで30分間保持し、冷却後フリーマミル(ローターとステーターのクリアランス300μm)で混練を行い比較例2のウレアグリースを得た。

比較例3

比較例2のフリーマミルを三段ロールミルに変更した以外は同様にして比較例3のウレアグリースを得た。

比較例4

比較例1の配合で、反応装置にスタックミキサーを使用し、比較例2の工程を実施し比較例4のウレアグリースを得た。

比較例5

比較例1の基油を、PAOに変え比較例2の工程を行つて比較例5のウレアグリースを得た。

- 21 -

- 22 -

表 1

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8	実施例9
イソシアネート液 種類	TD1	TD1	TD1	TD1	TD1	TD1	TD1	TD1	TD1
重量(kg)	5.53	5.53	5.53	5.53	4.77	3.94	5.53	5.38	5.53
基油(kg)	18.75	18.75	18.75	18.75	19.65	20.55	18.75	20.00	18.75
アミン液 種類/重量(kg)	パラトルイジン 5.95	パラトルイジン 5.95	パラトルイジン 5.95	パラトルイジン 5.95	パラトルイジン 5.08	パラトルイジン 4.24	パラトルイジン 5.95	パラトルイジン 4.62	パラトルイジン 5.95
基油(kg)	パラクロロ アニリン 1.02	パラクロロ アニリン 1.02	パラクロロ アニリン 1.02	パラクロロ アニリン 1.02	パラクロロ アニリン 0.87	パラクロロ アニリン 0.72	パラクロロ アニリン 0.87	—	パラクロロ アニリン 1.02
基油の種類	ADE	ADE	ADE	ADE	ADE	ADE	ADE	ADE	ADE
反応装置	高圧型発泡装置								
反応後ミル	フリーマー	ロール	なし	なし	フリーマー	フリーマー	フリーマー	フリーマー	フリーマー
昇温の有無	無	無	有	有	無	無	無	無	無
昇温後ミル	—	—	フリーマー	ロール	—	—	—	—	—
ちょう度 0W/60H	246/251	238/245	238/255	230/291	233/285	324/328	255/268	364/369	275/281
光学顯微鏡写真 100倍	増ちょうう部粒子の分散は極めて良好であり、数10μm以下の粒子径で分散している。								
アンデロン得点	81	82	92	94	88	89	71	72	80

表 2.

	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5
イソシアネート液 種類	TDI	TDI	TDI	TDI	TDI
重量(Kg)	5.53	5.53	5.53	5.53	5.53
基油(Kg)	18.75	18.75	18.75	18.75	18.75
アミン液 種類／重量(Kg)	バラトルイジン 5.95 バラクロロ アニリン 1.02	バラトルイジン 5.95 バラクロロ アニリン 1.02	バラトルイジン 5.95 バラクロロ アニリン 1.02	バラトルイジン 5.95 バラクロロ アニリン 1.02	バラトルイジン 5.95 バラクロロ アニリン 1.02
基油(Kg)	18.75	18.75	18.75	18.75	18.75
基油の種類	ADE	ADE	ADE	ADE	PAO
反応方法	従来法	従来法	従来法	スタティックミキサー	従来法
反応後ミル	フリーマー	なし	なし	なし	なし
昇温の有無	無	有	有	有	有
昇温後ミル	---	フリーマー	ロール	フリーマー	フリーマー
ちゅう度 0W/60W	261/261	281/285	272/274	273/275	293/295
光学顕微鏡写真 100倍	増ちょう剤粒子の大きさが数100 ~数10 $\mu\text{m}$ 程度で分散されている。				
アンデロン 得点	5	15	18	22	8

- 2 4 -

本実施例、比較例の結果、反応装置に高圧型発泡装置又は低圧型発泡装置を導入することにより、アンデロン試験で70点以上と高得点であり、音響特性が格段に向上した。実施例では、発泡装置の反応後に全てミル処理を行なっているが、これはプロック状固体をグリース状にするために用いたものである。比較例との対比で、この音響特性の向上はミル処理によるものではなく、発泡装置による反応・分散の効果である事は明らかである。また、発泡装置による反応・分散の後に昇温工程を加えると、わずかではあるが音響特性が向上する事も認められたが、これも発泡装置による反応・分散の上での効果である。

また、この音響特性の向上の理由を増ちょう剤成分の均質分散である旨は前述したが、実施例1と比較例1のウレアグリースの光学顕微鏡写真(100倍)を代表例としてウレアグリースの粒子構造を第2図および第3図に示す。一見して明らかのように実施例1のグリースは、均質であり、比較例1に見られるような10  $\mu\text{m}$  以上の粒子は存在

しない。これは、他の実施例、比較例でも同じであり、発泡装置を用いたことで増ちょう剤成分を均一に分散し、音響特性を向上させたことが認められる。

## (発明の効果)

1. イソシアネートを溶解又は分散させた基油とアミンを溶解又は分散させた基油を、反応容器内で、

(イ) 各々、5 kgf/cm<sup>2</sup> 以上に加圧し、衝突混合させ反応させるか又は、

(ロ) 各々、0.5 kgf/cm<sup>2</sup> ないし25 kgf/cm<sup>2</sup> に加圧し回転中の攪拌羽に導入して反応させること

2. カルボン酸又は油脂を溶解又は分散させた基油とアルカリ金属の水酸化物又はアルカリ土類金属の水酸化物の水溶液又は分散液を反応容器内で、

(イ) 各々、5 kgf/cm<sup>2</sup> 以上に加圧し、衝突混合させ反応させるか又は、

(ロ) 各々、0.5 kgf/cm<sup>2</sup> ないし25 kgf/cm<sup>2</sup>

に加圧し回転中の攪拌羽に導入して反応させる

ことを特徴とする本発明により、従来の製造方法によって得られるグリースに比べ、増ちょう剤成分の均一分散が保証され、軸受の音響特性を向上させ得るグリースを得る事が可能となった。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の方法に用いられる高圧型発泡装置の概略を示すための配管図。

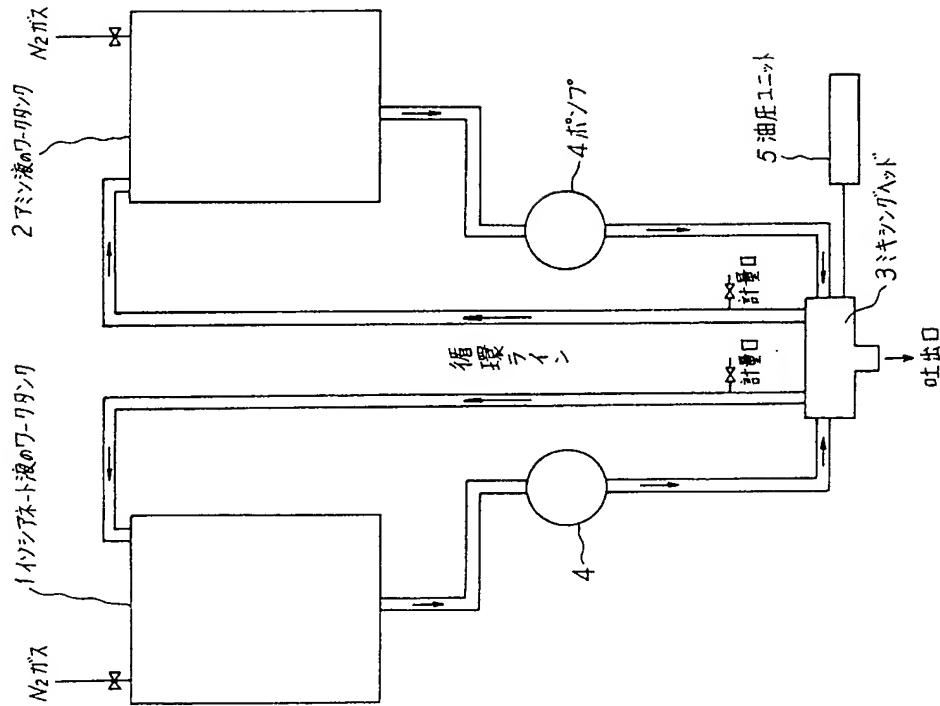
第2図は実施例1のウレアグリースの粒子構造を示す光学顕微鏡写真。

第3図は比較例1のウレアグリースの粒子構造を示す光学顕微鏡写真である。

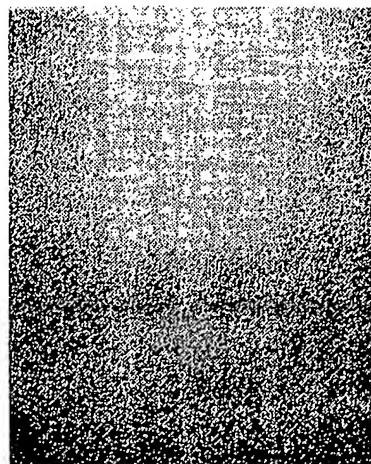
- 1 … イソシアネート液のワークタンク
- 2 … アミン液のワークタンク
- 3 … ミキシングヘッド
- 4 … ポンプ
- 5 … 油圧ユニット。

- 27 -

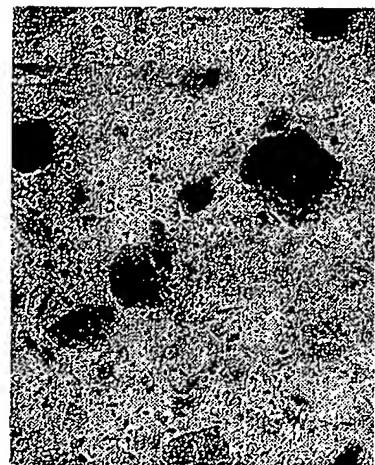
第1図



第2図



第3図



第1頁の続き

⑤Int. Cl.<sup>5</sup>

識別記号

庁内整理番号

//(C 10 M 121/04  
115:08)

(C 10 M 121/04  
115:04  
113:08)

C 10 N 10:02  
10:04  
40:14  
50:10  
70:00

BEST AVAILABLE COPY